

MANUFACTURE OF SUPERPLASTIC ALUMINUM ALLOY FOR DIFFUSED JUNCTION**Publication number:** JP61049796**Publication date:** 1986-03-11**Inventor:** HINO MITSUO; ETO TAKEHIKO**Applicant:** KOBE STEEL LTD**Classification:****- international:** **C22C21/00; B23K20/22; B23K35/00; B32B15/01; C22F1/04; C22C21/00; B23K20/22; B23K35/00; B32B15/01; C22F1/04; (IPC1-7): B23K20/04; B32B15/01; C22C21/00; C22F1/04****- European:** B23K35/00B2; B32B15/01E**Application number:** JP19840169780 19840814**Priority number(s):** JP19840169780 19840814*Report a data error here***Abstract of JP61049796**

PURPOSE:To obtain a superplastic Al alloy having an excellent diffused junction property by preparing a core material of the Al alloy and a skin material of pure Al, and manufacturing a cladding material by specified working conditions. **CONSTITUTION:**As for a core material, one kind of alloy selected from each alloy of Al-Cu, Al-Mg, Al-Mg-Si, Al-Zn-Mg, and Al-Li is brought to homogeneous heat treatment. As for a skin material, Al whose purity is $\geq 99.5\text{wt}\%$, consisting of $\leq 0.10\text{wt}\%$ Si, $\leq 0.20\text{wt}\%$ Fe, and $\leq 0.15\text{wt}\%$ other element is used. A clad material of one face or both faces is formed by hot clad rolling, and thereafter, heating holding of one step or two steps is executed at a temperature of 350-550 deg.C, and said material is cooled by a cooling speed of ≥ 30 deg.C/Hr. Subsequently, cooling rolling of at least $\geq 30\%$ is executed, or cold rolling of 20- 60% is executed, and thereafter, low temperature softening annealing of ≤ 30 deg.C and cold rolling are executed once or more.

.....
Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-49796

⑤ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

④ 公開 昭和61年(1986)3月11日

B 23 K 20/04
B 32 B 15/01
C 22 C 21/00
C 22 F 1/04

6939-4E
2121-4F
6411-4K
6793-4K

審査請求 未請求 発明の数 2 (全7頁)

⑭ 発明の名称 拡散接合用超塑性アルミニウム合金の製造方法

⑮ 特 願 昭59-169780

⑯ 出 願 昭59(1984)8月14日

⑰ 発 明 者 日 野 光 雄 真岡市熊倉町3621の15
⑱ 発 明 者 江 藤 武 比 古 真岡市大谷台町8番地
⑲ 出 願 人 株式会社神戸製鋼所 神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号
⑳ 代 理 人 弁理士 丸 木 良 久

明 細 書

1. 発明の名称

拡散接合用超塑性アルミニウム合金の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) Al-Cu系、Al-Mg系、Al-Mg-Si系、Al-Zn-Mg系、Al-Li系の各合金より選んだ1種類の合金を均質化熱処理して芯材とし、

Si 0.10wt%未満、Fe 0.20wt%未満、

他の元素 0.15wt%未満

の純度99.5wt%以上のアルミニウムを皮材とし、

熱間合せ圧延により片面或いは両面のクラッド材とした後、350～550℃の温度において1段階或いは2段階の加熱保持を行ない、30℃/Hr以上の冷却速度で冷却してから少なくとも30%以上の冷間圧延を行なうか或いは20～60%の冷間圧延を行なった後、300℃以下の低温軟化焼鈍と冷間圧延を1回以上行なうことを特徴とする拡散接合用超塑性アルミニウム合金の製造方法。

(2) Al-Cu系、Al-Mg系、Al-Mg-Si

系、Al-Zn-Mg系、Al-Li系の各合金より選んだ1種類の合金を均質化熱処理して芯材とし、

Si 0.10wt%未満、Fe 0.20wt%未満、

他の元素 0.15wt%未満

の純度99.5wt%以上のアルミニウムを皮材とし、

熱間合せ圧延により片面或いは両面のクラッド材とした後、350～550℃の温度において1段階或いは2段階の加熱保持を行ない、30℃/Hr以上の冷却速度で冷却してから少なくとも30%以上の冷間圧延を行なうか或いは20～60%の冷間圧延を行なった後、300℃以下の低温軟化焼鈍と冷間圧延を1回以上行ない、さらに、100℃/Hr以上の速度で350～550℃に加熱し、この350～550℃の温度で加熱軟化処理を行なうことを特徴とする拡散接合用超塑性アルミニウム合金の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は拡散接合用超塑性アルミニウム合金の

製造方法に関し、さらに詳しくは、拡散接合を可能にした微細粒超塑性アルミニウム合金の製造方法に関する。

本発明に係る拡散接合用超塑性アルミニウム合金の製造方法において、超塑性とは、ある外的条件の下で材料がくびれ(necking)なしに数百～数千％という巨大な伸びを生じる現象であり、恒温変態を利用した変態超塑性と微細結晶粒材料に見られる微細粒超塑性との2つに大別され、因に本発明は拡散接合ができる微細粒超塑性アルミニウム合金の製造方法である。

[従来技術]

一般に微細粒超塑性を起させるためには、その材料の結晶粒徑を制御することが必須であって、一方、拡散接合(diffusion bonding)とは材料の融点以下の温度で材料同志を加圧して金属原子同志が互に拡散して強固に結合することを利用した接合法である。

そして、拡散接合を起させるためには、温度、圧力、時間等の外的条件の他に材料の結晶粒が細

Si 0.10wt%未満、Fe 0.20wt%未満、

他の元素 0.15wt%未満

の純度99.5wt%以上のアルミニウムを皮材とし、

熱間合せ圧延により片面或いは両面のクラッド材とした後、350～550℃の温度において1段階或いは2段階の加熱保持を行ない、30℃/Hr以上の冷却速度で冷却してから少なくとも30%以上の冷間圧延を行なうか或いは20～60%の冷間圧延を行なった後、300℃以下の低温軟化焼鈍と冷間圧延を1回以上行なうことを特徴とする拡散接合用超塑性アルミニウム合金の製造方法を第1の発明とし、

(2) Al-Cu系、Al-Mg系、Al-Mg-Si系、Al-Zn-Mg系、Al-Li系の各合金より選んだ1種類の合金を均質化熱処理して芯材とし、

Si 0.10wt%未満、Fe 0.20wt%未満、

他の元素 0.15wt%未満

の純度99.5wt%以上のアルミニウムを皮材とし、

かいこと、表面の酸化膜が破壊され易いこと、接合面が塑性変形し易いこと等が必要な条件である。

従って、超塑性材のように微細な結晶粒を有し、かつ、比較的低い応力で変形する材料では拡散接合が有望視されるのである。

しかし、従来のAl-Zn-Mg系、Al-Cu系等の超塑性アルミニウム合金では、表面の酸化膜がかなり丈夫であるため拡散接合が困難であり、超塑性アルミニウム合金を使用して構造体を製造するのに大きな障害となっていたのである。

[発明が解決しようとする問題点]

本発明は上記に説明した従来において困難であった拡散接合を可能にした微細粒超塑性アルミニウム合金を製造する方法を提供するものである。

[問題点を解決するための手段]

本発明に係る拡散接合用超塑性アルミニウム合金の製造方法は、

(1) Al-Cu系、Al-Mg系、Al-Mg-Si系、Al-Zn-Mg系、Al-Li系の各合金より選んだ1種類の合金を均質化熱処理して芯材とし、

熱間合せ圧延により片面或いは両面のクラッド材とした後、350～550℃の温度において1段階或いは2段階の加熱保持を行ない、30℃/Hr以上の冷却速度で冷却してから少なくとも30%以上の冷間圧延を行なうか或いは20～60%の冷間圧延を行なった後、300℃以下の低温軟化焼鈍と冷間圧延を1回以上行ない、さらに、100℃/Hr以上の速度で350～550℃に加熱し、この350～550℃の温度で加熱軟化処理を行なうことを特徴とする拡散接合用超塑性アルミニウム合金の製造方法を第2の発明とする2つの発明よりなるものである。

本発明に係る拡散接合用超塑性アルミニウム合金の製造方法について以下詳細に説明する。

まず、本発明に係る拡散接合用超塑性アルミニウム合金の製造方法における熱処理方法および加工方法について説明する。

Al-Zn-Mg系、Al-Cu系、Al-Mg系、Al-Li系合金の所定の含有成分および成分割合のアルミニウム合金を通常の方法或いは不活性雰

囲気中(特に、Al-Li系合金)で鋳造して作製された鋳塊は、内部に不均質に分布している主要元素の均質化および熱間圧延性を向上させるために通常400~550℃の温部において充分な時間均質化熱処理を行なって芯材とする。

一方、Si 0.10wt%未満、Fe 0.20wt%未満および他元素 0.15wt%未満である純度99.5wt%の純アルミニウムの皮材は、通常の方法で溶製後鋳造して鋳塊とした後、400~600℃の温度において均質化熱処理を行なって、300~500℃の温度において熱間圧延により所定の板厚に加工される。

次いで、皮材を芯材の片面或いは両面に重ねてから、400~550℃の温度に再加熱を行ない、300~550℃の温度において熱間合せ圧延を行なって所定の板厚まで加工するが、この時芯材および皮材は熱間ファイバー組織になるの同時に、芯材にはCu、Mg、Zn、Si、Li等の析出物およびZr、Cr、Mn、Ti等の遷移元素の一部が組織中に部分析出する。さらに、この熱間加工後に

次に、加熱保持を2段階で行なう場合について説明すると、まず、450~550℃の温度で0.5~10Hrの第1回の加熱保持を行ない、続いて第2回の加熱保持温度まで冷却し、350~450℃の温度で0.5~50Hrの第2回の加熱保持を行ない、30℃/Hr以上の冷却速度で冷却する。この場合、加熱保持の温度が高い程時間は短時間でよい。

この2回の加熱保持において、第1回の加熱保持により析出している溶質元素はその大部分が固溶され、続いて行なう第2回の加熱保持により遷移元素のZr、Cr、Mn等とAlとの金属間化合物 $ZrAl_3$ 、 $Cr_2Mg_3Al_{18}$ 、 $MnAl_6$ 等が析出する。

そして、この2段階の加熱保持は、加熱保持を1段階で行なった場合に比較して、遷移元素の析出形態が微細なことおよび若干のCu、Mg、Zn、Si、Li等のAlとの高温時効析出物が形成されるために、加熱保持後の冷却速度が30℃/Hrと遅くなってもよく、製造がより容易となり、かつ、冷間加工中に生成される転位の密度がより高

好ましくは、30%以上の冷間加工を行なうことにより、より微細粒の材料が得られ、超塑性伸びも大きくなる。

この熱間加工後に、350~550℃の温度で0.5~20Hrの加熱保持をしてから、少なくとも30℃/Hr以上、好ましくは100℃/Hr以上の冷却速度で冷却して固溶元素の強制固溶を図る。また、この熱処理を急速加熱、急速冷却が可能な連続焼鈍炉により400~550℃の温度で10sec~10min間行なってもよく、この加熱保持により芯材中のCu、Mg、Zn、Si、Li等は固溶され、一方、遷移元素のZr、Cr、Mn等はAlと金属間化合物 $ZrAl_3$ 、 $Cr_2Mg_3Al_{18}$ 、 $MnAl_6$ 等を析出する。しかし、この1段の加熱保持後の冷却速度が100℃/Hr未満では微細粒が得られず伸びが出にくくなる。

くなり、さらに、微細な結晶粒が生成されて超塑性伸びの大きい材料が得られる。

また、この2段階加熱保持後の冷却速度が30℃/Hr未満になると微細粒が得られ難くなる。

これらの加熱保持により熱間ファイバー組織を形成していた転位の下部組織は回復、再結晶により歪エネルギーが低減され、続いて行なう冷間加工により転位が導入され易くなり、かつ、Zr、Cr、Mn等の析出粒子により次の冷間加工後の超塑性温度域における加熱によって、材料中に生成される微細粒組織が保持されて超塑性が得られる。

次に、加熱保持後の30℃/Hr以上の冷却速度で冷却した後、少なくとも30%以上の冷間加工を行なうのであるが、30%未満の加工率では充分微細な結晶粒が得られない。或いは、20~60%の冷間加工とこれに続く300℃以下の低温軟化焼鈍とを1回以上行なうこともでき、この低温軟化焼鈍を導入することにより結晶粒はさらに微細化される。

このようにして冷間加工された材料には、高い

歪エネルギーを有する転位の下部組織が高密度に形成されている。

この材料を引続き、通常 $0.5T_m$ (T_m は材料の融点(絶対温度))以上の超塑性温度域(アルミニウム合金では 400°C 以上)に加熱すると、材料中の高密度の転位組織を起点として新しい結晶粒が形成され、従って、転位密度は高密度である程微細粒組織が得られる。そして、一度再結晶が完了すると結晶粒界のエネルギーを減少させるため、転位が移動して結晶粒が粗大化し、この粗大化した組織が超塑性変形を阻害することになる。

従って、本発明に係る拡散接合用超塑性アルミニウム合金の製造方法における熱処理においては、熱間加工後の一段階或いは二段階の加熱保持により形成された $ZrAl_3$ 、 $Cr_2Mg_3Al_{18}$ 、 $MnAl_6$ 等の析出物の寸法と分布とを制御することにより転位の移動を阻止して、微細結晶粒組織を保持しているのである。即ち、析出物寸法が小さ過ぎたり、析出粒子間隔が大き過ぎると転位移動阻止効果が得られない。

加熱速度で加熱し、 $350\sim 550^\circ\text{C}$ の温度で軟化してから、拡散接合に使用することができる。

次に、本発明に係る拡散接合用超塑性アルミニウム合金の製造方法において対象となるアルミニウム合金について説明する。

Al-Cu系アルミニウム合金は、Cu 2~7wt%を必須成分として含有し、Mg 2.5wt%以下、Si 2wt%以下、Mn 0.05~2.0wt%、Cr 0.05~0.5wt%、Zr 0.05~0.5wt%、V 0.05~0.5wt%、Ti 0.15wt%以下の中から選んだ1種または2種以上を含有し、残部Alおよび不純物からなるアルミニウム合金である。

Al-Mg系アルミニウム合金は、Mg 2~7wt%を必須成分として含有し、Mn 0.05~1.5wt%、Cr 0.05~0.5wt%、Zr 0.05~0.5wt%、V 0.05~0.5wt%、Ti 0.15wt%以下の中から選んだ1種または2種以上を含有し、残部Alおよび不純物からなるアルミニウム合金である。

Al-Mg-Si系アルミニウム合金は、Mg 0.5~2.0wt%、Si 0.3~5.0wt%を必須成分とし

加熱後の加圧(通常はAr等の不活性ガスが用いられる。)により材料は超塑性変形して接合面を埋めると同時に、微細粒のため単位体積当りの粒界の占める割合も多く、この粒界を通じて拡散原子が優先的に拡散(粒界拡散)される。このような理由により、通常の粗大粒材料より拡散接合特性が優れているのである。

なお、本発明に係る拡散接合用超塑性アルミニウム合金の製造方法において使用する皮材は、Si 0.10wt%未満、Fe 0.20wt%未満および他の元素 0.15wt%未満である純度 99.5wt%以上の純アルミニウム系合金であるので、従来のように、Cu、Mg、Zn、Li等の極めて強固な酸化膜に覆われているアルミニウム合金同志の拡散接合と比較して、酸化膜が薄く、かつ、除去し易いことから優れた拡散接合性を有している。

さらに、本発明に係る拡散接合用超塑性アルミニウム合金の製造方法により製造された材料は、冷間加工したままの状態で超塑性加工を行なってもよいが、冷間加工後に、 $100^\circ\text{C}/\text{Hr}$ 以上の

で含有し、Cu 1wt%以下、Mn 0.5~1.5wt%、Cr 0.05~0.5wt%、Zr 0.05~0.5wt%、V 0.05~0.5wt%、Ti 0.15wt%以下の中から選んだ1種または2種以上を含有し、残部Alおよび不純物からなるアルミニウム合金である。

Al-Zn-Mg系アルミニウム合金は、Zn 3~8wt%、Mg 0.5~3wt%を必須成分として含有し、Cu 3wt%以下、Mn 0.05~2.0wt%、Cr 0.05~0.5wt%、Zr 0.05~0.5wt%、V 0.05~0.5wt%、Ti 0.15wt%の中から選んだ1種または2種以上を含有し、残部Alおよび不純物からなるアルミニウム合金である。

Al-Li系アルミニウム合金は、Li 1~5wt%を必須成分として含有し、Si 0.3~2wt%、Cu 0.5~5wt%、Mg 0.5~6wt%、Zn 0.5~6wt%、Cr 0.05~0.5wt%、Zr 0.05~0.5wt%、V 0.05~0.5wt%、Mn 0.5~2.0wt%、Hf 0.05~1.0wt%の中から選んだ1種または2種以上を含有し、残部Alおよび不純物からなるアルミニウム合金である。

次に、本発明に係る拡散接合用超塑性アルミニウム合金の製造方法において使用する皮材としてのアルミニウムについて説明する。

Fe含有量が0.20wt%、Si含有量が0.10wt%を越えて含有されると鋳造時生成する晶出化合物が多くなるため、材料の変形能を低下させ拡散接合能が低下するのでFe含有量は0.20wt%未満、Si含有量は0.10wt%未満とし、また、アルミニウムの純度が99.5wt%未満になると拡散接合能が低下するのでアルミニウム純度は99.5wt%以上とする。そして、その他の元素は0.15wt%を越えて含有されると、表面酸化膜の形成や晶出物の生成等拡散接合上有害となるので、他元素の含有量は0.15wt%未満とする。なお、結晶粒微細化元素として、Ti 0.05wt%以下含有させることができる。

拡散接合用超塑性アルミニウム合金の製造方法による材料は優れた拡散接合性を示しており、比較材はその何れもが拡散接合性が不良であることがわかる。

[実施例]

本発明に係る拡散接合用超塑性アルミニウム合金の製造方法について実施例を説明する。

実施例 1

第1表に示す代表的なAl-Zn-Mg系、Al-Cu系、Al-Mg系、Al-Mg-Si系およびAl-Li系のアルミニウム合金の芯材と純Al系の皮材とを作製し、第2表に示す製造加工条件により最終板厚2.5mmの合せ材(片面クラッド率3%)を製造した。

これらの超塑性特性を第3表に示す。優れた超塑性伸びを示していることがわかる。

次に、拡散接合試験結果を第4表に示す。

比較材(1)は第1表のNo. 1～No. 5の合金で微細粒の超塑性材(厚さ2.5mm)を作成し、芯材だけで拡散接合したものである。

比較材(2)は通常の方法によって厚さ2.5mmの合せ材(片面クラッド率3%)を作成し、拡散接合したものである。

この第4表から明らかなように、本発明に係る

第 1 表

No.	合 金 系	化 学 成 分 (wt%)												備考
		Si	Fe	Cu	Mg	Mn	Cr	Zn	V	Li	Zr	Ti	Al	
1	Al-Zn-Mg	0.05	0.10	1.5	2.3	-	0.20	5.7	-	-	-	0.02	残 部	芯材
2	Al-Cu	0.06	0.10	4.5	1.5	0.6	-	-	-	-	-	0.01	"	
3	Al-Mg	0.05	0.10	-	4.5	0.1	-	-	0.05	-	0.20	0.01	"	
4	Al-Mg-Si	0.60	0.10	-	1.0	-	0.25	-	-	-	-	0.01	"	
5	Al-Li	0.05	0.10	2.1	1.1	-	-	-	-	2.5	0.14	0.01	"	
6	純Al	0.07	0.14	-	-	-	-	-	-	-	-	0.01	99.75	皮材

第 2 表

No.	芯材	皮材	均質化熱処理 (℃×Hr)	熱間合せ圧延 (℃)	加 熱 保 持 (℃×Hr)	冷却速度 (℃/Hr)	冷間圧延 6.3→2.5t	最終板厚 (mm)
A	No. 1	No. 6	465×12	400	510×3+400×10	100	63%	2.5
B	No. 2	"	490×12	420	520×3+450×12	"	"	"
C	No. 3	"	510×12	450	540×3+420×10	"	"	"
D	No. 4	"	465×12	400	510×3+400×10	"	"	"
E	No. 5	"	450×12	400	520×3+400×10	"	"	"

A: Al-Zn-Mg系、B: Al-Cu系、C: Al-Mg系、D: Al-Mg-Si系、E: Al-Li系。

第 3 表

供試材	合 金 系	温 度 (℃)	延 伸 速 度 (1/sec)	伸 び (%)
A	Al-Zn-Mg	510	2×10 ⁻¹	450
B	Al-Cu	475	1×10 ⁻²	310
C	Al-Mg	550	2×10 ⁻¹	410
D	Al-Mg-Si	510	2×10 ⁻¹	305
E	Al-Li	480	5×10 ⁻¹	470

第 4 表

No.	合 金 系	接 合 条 件			結 果 1)	
		温度 (℃)	時間 (min)	変形量 (%)	本発明に係る 製造方法	
					比較材 1	比較材 2
A	Al-Zn-Mg	500	20	10	○	△
B	Al-Cu	475	"	"	○	△
C	Al-Mg	510	"	"	○	△
D	Al-Mg-Si	490	"	"	○	△
E	Al-Li	485	"	"	○	×

1) 接合性

○

>

△

>

×

良好

一部不良

不良

実施例 2

実施例 1 に示す No. 1 合金 (Al-Zn-Mg 系合金) を芯材とし、第 5 表に示す 3 種類の純 Al を皮材とし、第 2 表の供試材 A と同じ製造条件で厚さ 2.5 mm の合せ材 (片面クラッド率 3%) を作製した。

その超塑性特性は第 6 表に示すように、特に、純度 99.5wt% 以上の供試材 G および H が同じく F に比べて優れていることは明らかである。

次に、拡散接合試験結果を第 7 表に示す。

この第 7 表から明らかであるが、Fe、Si 含有量を規制した H 材が最も良好な拡散接合性を示していることがわかる。また、Fe、Si 含有量の多い F 材は拡散接合性は不良であることがわかる。

第 5 表

No.	化 学 成 分 (wt%)				
	Si	Fe	その他	Ti	Al
7	0.13	0.31	0.04	0.03	99.39
8	0.07	0.13	0.03	0.01	99.71
9	0.04	0.05	0.01	0.01	99.89

第 6 表

供試材	温 度 (°C)	歪 速 度 (1/sec)	伸 び (%)
F	510	2×10^{-4}	350
G	"	"	430
H	"	"	490

第 7 表

供試材	芯 材	皮 材	接 合 条 件			結 果 2)
			温 度 (°C)	時 間 (min)	変 形 量 (%)	
F	No. 1	No. 7	500	20	10	×
G	"	No. 8	"	"	"	○
H	"	No. 9	"	"	"	◎

2) 拡散接合性: ◎ > ○ > ×
極めて良好 良好 不良

[発明の効果]

以上説明したように、本発明に係る拡散接合用超塑性アルミニウム合金の製造方法は上記に説明した構成を有しているものであるから、アルミニウム合金と純アルミニウムのクラッド材の拡散接合を可能とした微細粒超塑性アルミニウム合金を製造できるという優れた効果を有するものである。

特許出願人 株式会社 神戸製鋼所

代理人 弁理士 丸 木 良 久

